



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2014126739/03, 01.07.2014

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
01.07.2014

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 01.07.2014

(45) Опубликовано: 27.10.2015 Бюл. № 30

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2367629 C2, 20.09.2009. RU 2081078
C1, 10.06.1997. RU 2171791 C1, 10.08.2001. SU
796207 A1, 15.01.1981 . SU 1794913 A1,
15.02.1993. JP 56069224 A, 10.06.1981

Адрес для переписки:

620002, г.Екатеринбург, ул. Мира, 19, Маркс Т.В.

(72) Автор(ы):

**Низов Василий Александрович (RU),
Киселев Максим Сергеевич (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**ФГАОУ ВПО "УрФУ" имени первого
Президента России Б.Н. Ельцина" (RU)****(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ГРАНУЛИРОВАННОГО ГИПСА**

(57) Реферат:

Изобретение относится к области переработки техногенных образований и может быть использовано при утилизации фторангидрита, выходящего из печей спекания флюорита. Технический результат заключается в повышении скорости гидратации фторангидрита, повышении начальной прочности гранул и обеспечении устойчивого режима грануляции. Получение гранулированного гипса из кислого отхода

производства фтористого водорода, включает нейтрализацию указанного отхода и грануляцию, в качестве нейтрализующего реагента используют карбонаты щелочных металлов, технологический процесс ведут в режиме окатывания в контакте с водным раствором, с последующей калибровкой готового продукта по крупности, помолом и рециклом минусовых фракций. 1 з.п. ф-лы, 1 ил.

RU 2 567 063 C1

RU 2 567 063 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11) **2 567 063** (13) **C1**

(51) Int. Cl.

C04B 11/06 (2006.01)

C01F 11/46 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: **2014126739/03, 01.07.2014**

(24) Effective date for property rights:
01.07.2014

Priority:

(22) Date of filing: **01.07.2014**

(45) Date of publication: **27.10.2015** Bull. № 30

Mail address:

620002, g.Ekaterinburg, ul. Mira, 19, Marks T.V.

(72) Inventor(s):

**Nizov Vasilij Aleksandrovich (RU),
Kiselev Maksim Sergeevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**FGAOU VPO "UrFU" imeni pervogo Prezidenta
Rossii B.N. El'tsina" (RU)**

(54) **METHOD TO PRODUCE GRANULATED GYPSUM**

(57) Abstract:

FIELD: construction.

SUBSTANCE: production of granulated gypsum from acid wastes of hydrogen fluoride production, includes neutralisation of the specified wastes and granulation, as a neutralising agent they use carbonates of alkaline metals, the technological process is carried out in the pelletization mode in contact with aqueous

solution, with subsequent calibration of finished product by size, grinding and recycling of minus fractions.

EFFECT: increased speed of acid fluoride hydration, increased initial strength of granules and provision of stable mode of granulation.

2 cl, 1 dwg

R U 2 5 6 7 0 6 3 C 1

R U 2 5 6 7 0 6 3 C 1

Заявляемое техническое решение относится к области переработки техногенных образований и призвано вовлечь в технологический цикл стройиндустрии отход производства плавиковой кислоты под названием фторангидрит.

Известен способ получения гранулированного гипса из кислого отхода производства фтористого водорода (см. патент России №2081078, кл. C04B 11/06, C01F 11/46, опубл. 06.10.1997), включающий нейтрализацию кислого отхода производства фтористого водорода и грануляцию продукта нейтрализации водой, причем нейтрализацию осуществляют одновременно с помолом, нейтрализующий агент при этом вводят в количестве, превышающем стехиометрическое на 28,0-73,0 мас.%, а грануляцию ведут 10 водой, подаваемой в количестве 12,0-17,0 мас.% от массы гранулируемого продукта.

Его более совершенным аналогом является способ получения гранулированного гипсового вяжущего из кислого отхода производства фтористого водорода (см. патент России №2171791, кл. C04B 11/06, C01F 11/46, опубл. 08.10.2001), включающий 15 нейтрализацию кислого отхода производства фтористого водорода одновременно с помолом и последующей грануляцией водой, в котором в кислый отход производства фтористого водорода дополнительно вводят 10,0-40,0 мас.% отхода производства плавиковой кислоты из шламохранилища - фторгипса с влажностью 0,0-20,0 мас.%, осуществляют нейтрализацию полученной смеси известьсодержащим агентом, взятым в количестве не более стехиометрического, а охлажденную в результате процесса 20 нейтрализации до 70-80°C смесь подают на грануляцию.

Наконец известен способ получения гранулированного гипса из кислого отхода производства фтористого водорода (см. патент России №2367629, кл. C04B 11/06, C01F 11/46, опубл. 20.09.2009), включающий нейтрализацию указанного отхода известьсодержащим агентом, грануляцию, отличающийся тем, что указанную 25 нейтрализацию осуществляют одновременно с грануляцией, причем вводят известьсодержащий агент в количестве, необходимом по стехиометрическому соотношению или в избытке не более 5,0 мас.% от стехиометрического, и одновременно подают воду в количестве 13,0-15,0% от массы гранулируемого продукта, технологический процесс ведут в барабанном грануляторе при числе оборотов барабана 30 10-20 об/мин в течение одного часа с получением гранул размером 20-50 мм не менее 90-95%, 5-20 мм - остальное и содержанием свободной серной кислоты 0,02-0,05 мас.%.

Последний принят в качестве прототипа. Главным недостатком прототипа и аналогов является приверженность к известьсодержащему нейтрализующему агенту, добавку которого в строгом стехиометрическом соотношении для нейтрализации свободной 35 серной кислоты при промышленной реализации способа выдержать нереально. В результате либо падение прочности гранул в результате избытка оксида кальция, либо низкая скорость гидратации ангидрита кальция.

Технической задачей заявляемого изобретения является повышение скорости гидратации фторангидрита и обеспечение его устойчивого режима грануляции.

Поставленная техническая задача достигается тем, что в способе получения гранулированного гипса из кислого отхода производства фтористого водорода, включающего нейтрализацию указанного отхода реагентом и грануляцию в качестве 40 реагента, используют карбонаты щелочных металлов лития, натрия, калия, процесс нейтрализации ведут в режиме окатывания в контакте с водным раствором, с последующей калибровкой готового продукта по крупности, помолом и рециклом 45 минусовых фракций на грануляцию. При этом карбонат лития используют в виде насыщенного водного раствора, а карбонат калия и карбонат натрия в виде водного раствора с pH 10-11.

Сущность заявляемого технического решения состоит в том, что отход производства плавиковой кислоты - фторангидрит, нейтрализованный известью, имеет низкую скорость гидратации. Это является основной причиной, затрудняющей технологические приемы его переработки, в том числе процесса грануляции. Экспериментально
 5 установлено, что катионы щелочных металлов в малых количествах способны ускорять процессы гидратации фторангидрита в десятки раз. Наиболее высокая активность, как катализатора гидратации, отмечается у соединений калия. Карбонаты выбраны по той причине, что их нейтрализующая активность наблюдается в области только кислых значений pH. После нейтрализации их разложение прекращается. Нет опасности
 10 передозировки, как это наблюдается у известьесодержащих реагентов.

Сущность заявляемого способа поясняется примерами.

Пример 1. Для реализации процесса использовали лабораторный тарельчатый гранулятор, диаметром 300 мм с изменяющимся углом наклона тарели. Подбор числа оборотов обеспечивался частотным преобразователем. Кислый отход фтористого
 15 водорода, отобранный непосредственно из печи Южноуральского криолитового завода, затаривался в герметичные полипропиленовые контейнеры для исключения контакта с влагой атмосферы. Грубый помол и усреднение образцов материала производили непосредственно перед грануляцией с использованием вибродискового лабораторного истирателя. Оценку прочности гранул на раздавливание проводили непосредственно
 20 при отборе гранул с тарели. Начальная прочность гранул при подаче на грануляцию воды составила 15-25 грамм на гранулу.

Начальная прочность гранул при использовании раствора карбоната лития возрастала по мере увеличения концентрации лития в растворе и составила для насыщенного раствора 40-50 грамм на гранулу.

Начальная прочность гранул при использовании растворов карбоната калия и карбоната натрия возрастала до достижения pH раствора, использованного при грануляции до значения pH в диапазоне 10-11. Максимальные значения начальной прочности 200-300 грамм на гранулу.

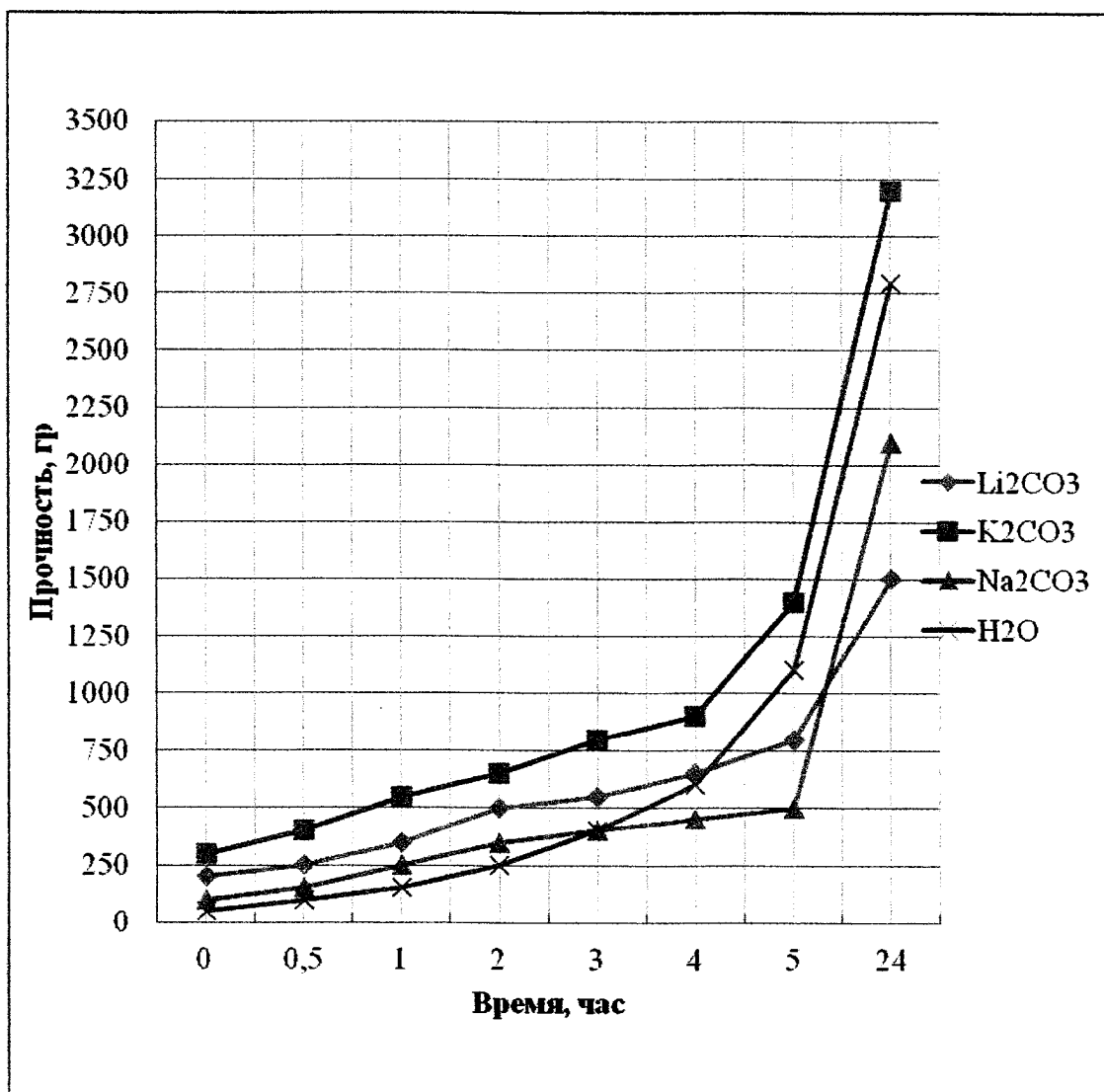
Пример 2. Для реализации процесса использовалось оборудование, представленное
 30 в примере один. Режимы обработки выбраны исходя из максимальных значений начальной прочности гранул, достигнутых в примере один. Результаты изменения прочности гранул на раздавливание в процессе их выдержки представлены на фиг. 1.

Технический результат заключается в том, что повышается скорость гидратации фторангидрита, при этом обеспечивается высокая начальная прочность гранул и
 35 исключается необходимость временной выдержки продукта.

Формула изобретения

1. Способ получения гранулированного гипса из кислого отхода производства фтористого водорода, включающий нейтрализацию указанного отхода реагентом и
 40 грануляцию, отличающийся тем, что в качестве реагента используют карбонаты щелочных металлов лития, натрия, калия, процесс нейтрализации ведут в режиме окатывания в контакте с водным раствором, с последующей калибровкой готового продукта по крупности, помолом и рециклом минусовых фракций готового продукта на грануляцию.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что карбонат лития используют в виде насыщенного водного раствора, а карбонат калия и карбонат натрия в виде водного раствора с pH 10-11.



Фиг.1